

図1 Cr-W積層膜断面におけるCrとWのEDX元素マッピング
(Cr層を矢印2、4、6で示し、W層を矢印1、3、5で示す)

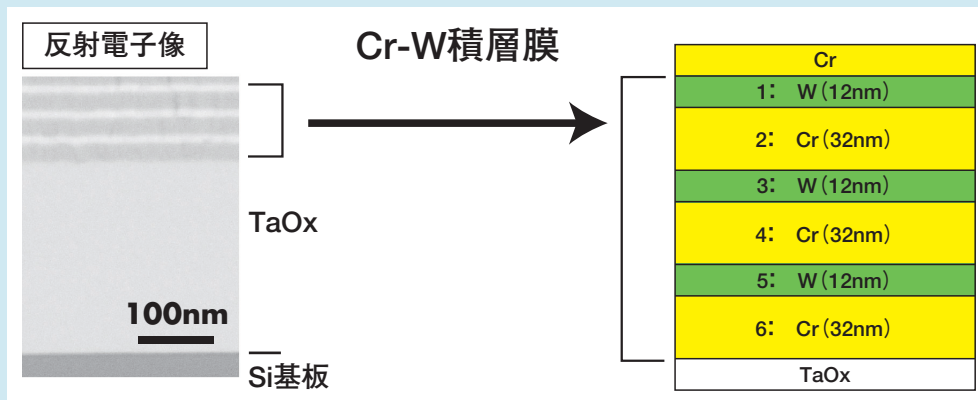


図2 Cr-W積層膜断面の反射電子像とCr-W積層膜の模式図

ナノの世界を拓くULV-SEM-EDX元素マッピング

高度情報化社会の基盤技術として、ナノテクノロジーを応用した新規材料や製品の開発が盛んに行われています。試作品評価や故障解析において、「迅速・簡便なナノ計測」として高分解能元素マッピング技術の重要性がますます高くなっています。

ナノ計測としての元素マッピング

走査電子顕微鏡 (SEM) で発生する特性X線スペクトルを検出するエネルギー分散型X線分光法 (EDX) を用いると、元素マッピングを行うことができます。15kV以上で行う従来のEDXによる元素マッピングは、ミクロンオーダーの分析手法でした。

最新の極低加速電圧SEM (ULV-SEM) に組み合わせ、加速電圧を数kV以下に低くして特性X線の発生領域を小さくすると、EDXでもナノオーダーの元素分布の測定が可能になります。

Cr-W積層膜断面の元素マッピング

図1に加速電圧2.7kV、倍率10万倍で測定したCr-W積層膜断面におけるCrとWのEDXによる元素マッピングを示します。

図2にこの試料の断面を観察した反射電子像と模式図とを示します。試料はSi基板にTa酸化物を成膜し、更にその上に32nm厚のCrと12nm厚のWを交互に積層させた多層膜です。2.7kVまで加速電

圧を下げることにより、ナノオーダーのCr層とW層とが世界に先駆けて識別できるようになりました。

このように、SEM-EDXの手軽さを活かしたまま、ナノオーダーの元素分布を調査する分析・計測手法として、極低加速電圧EDX分析が注目されています。当社では、極低加速電圧SEMの利用技術の開発を通して、電子デバイスなどナノレベルの構造制御が必要な各種材料の様々な解析ニーズにお応えします。

お問合せ先: 分析・評価事業部 橋本 哲
s-hashimoto@jfe-tec.co.jp

CAEにおける有限要素法による数値解析事例(2)

～数値シミュレーションによるプレス成形性の評価～
計測システム事業部 吉原直武
n-yoshihara@jfe-tec.co.jp

有限要素法解析プリポストおよびプレス成形解析ソフトの進歩によって自動車パネルなどの大型部品の成形性予測に有限要素法解析による数値シミュレーションが現在利用されています。

円錐台モデル成形試験結果

図(a)は、円錐台成形試験後の状況を示しています。上段の図はしわ押さえ力(BHF=)10tonで成形した場合であり、斜め壁部にしわが発生しています。下段の図はBHF=30tonで成形した場合であり、パンチ肩に破断が見られます。

数値シミュレーション結果

図(b)には、有限要素法解析法プレス成形シミュレーションソフト(DYNAFORM)

による円錐台成形解析結果を示しています。一般に成形性へのしわ押さえ力の影響は大きく、BHF=10ton,30tonの2条件に対する解析結果を色分け区分したひずみ状態で示すと、青色(しわ発生傾向の高いひずみ領域)が斜め壁部に見られます。一方BHF=30tonの場合には、赤色(破断発生傾向の高いひずみ領域)がパンチ肩に存在しています。

数値解析結果と試験結果との比較

プレス成形は、しわと破断の発生しない成形条件で行う必要があるため、予め成形性を予測することが重要です。数値シミュレーションによるしわと破断の予測結果(b)は、モデル試験結果(a)とよく一致しています。現在、自動車部品などの複雑な形状に対

して数値シミュレーションによってしわと破断の予測をするだけでなく、多段成形における成形性予測や必要な部分をトリムした後の成形品の形状寸法の予測(スプリングバック予測)も可能となっています。

当社では、素材に対する知識と経験からプレス成形時の解析ニーズにお応えします。

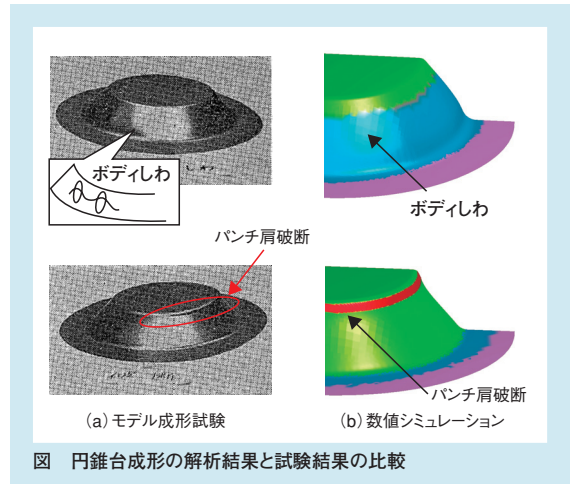


図 円錐台成形の解析結果と試験結果の比較

Electronic Material

電子材料(3)

～太陽電池用シリコンの高性能分析技術～
分析・評価事業部 望月 正
mochizuki@jfe-tec.co.jp

太陽光発電はクリーンで再生可能なエネルギーであり、化石燃料に代わるエネルギー源として期待されています。この発電に用いる太陽電池はシリコン系が先行して実用化されていますが、原料のシリコンに含まれる不純物濃度が高くなると発電効率が大きく低下するため、その極微量分析が重要となっています。ここでは、当社にて実用化した太陽電池用シリコンの分析技術について紹介します。

非金属元素の定量

シリコンの分析元素としては、炭素や酸素等の非金属成分、ホウ素や燐などのドーパント元素、更には鉄やアルミニウムなどの金属元素があり、各元素の分析方法と定量下限値を表にまとめました。非金属成分は、燃焼や融解により気体として分離し定量する手法を採用していますが、微量濃度を精度良く定量するには周囲からの試料汚染を防ぐことが重要です。そのため、試料調整時に酸やアルコールで洗浄する

ほか、炭素定量では測定開始時に検出される表面汚染のシグナルをデータ処理により除去する“波形分離法”を採用しています。また、酸素定量では、測定の直前に電解研磨することで試料汚染を取り除き、分析精度の向上を図っています。

ドーパント及び金属元素の定量

ドーパントや金属は、酸溶解後、誘導結合プラズマ質量分析法(ICP-MS)により高感度で定量することが可能です。酸溶解では、硝酸-フッ化水素酸の混酸を用いることで容易に溶液化することができます。しかし、試料を汚染することが多い操作であるため、わずかな不注意でも分析精度の低下につながります。このため、汚染の少ない溶解法を確立し、溶解容器や分解酸などを精緻に管理することで、高い分析精度を維持しています。試料を溶液化した後は加温しシリコンをSiF₄として気化分離します。その際、

ホウ素やヒ素が気化するのを防止するため、揮散防止剤を添加するなどの工夫も行っています。

また、ICP-MS測定(写真)においてクールプラズマ法やコリジョン技術などの高感度測定技術を実用化するなど、様々な技術・ノウハウの積重ねにより太陽電池用シリコンの高性能分析を実現しています。

表 シリコンの分析方法と定量下限値

測定成分	分析方法	定量下限
C	燃焼-赤外線吸収法	5ppm
O	融解-赤外線吸収法	5ppm
N	融解-熱伝導度法	5ppm
P	ICP質量分析法	50ppb
B	ICP質量分析法	10ppb
Al, Fe, Ti 他	ICP質量分析法	0.2ppb
61元素定性	ICP質量分析法	0.2ppb*

*原料、精製前試料は10ppb



写真 高感度型ICP質量分析装置

環境・エネルギー（４）

～作業環境ダイオキシン類測定～

環境技術事業部 星野健二
k-hoshino@jfe-tec.co.jp

今から約10年前、焼却炉施設から周辺地域へのダイオキシン類の飛散や施設内の作業員が高濃度のダイオキシン類(DXN類)にばく露されて、社会的に問題になりました。このため焼却炉等の運転、点検作業及び解体作業に従事する労働者へのダイオキシン類ばく露を未然に防止することを目的に、厚生労働省は平成13年4月「廃棄物焼却炉施設内作業におけるダイオキシン類ばく露防止対策要綱」を各都道府県に通達しました。この通達に示された措置を講ずることにより労働者のダイオキシン類によるばく露の防止が図られるようになりました。

定常作業に伴う作業環境DXN類測定

厚生労働省の通達には焼却炉設備の運転、点検作業に伴う空気中のダイオキシン類濃度測定が規定されています。これは6ヶ月以内に一回、作業場所内を定期的に作業環境測定基準に準じて測定しま

す(写真)。測定結果とダイオキシン類の管理濃度(2.5pg-TEQ/m³)により作業場所が第一から第三管理区域に区分され(表参照)、第一管理区域(良好)になるよう作業改善・設備改善が事業者に求められます。また作業者は各管理区分に応じた保護具を着用する必要があります。

解体作業に伴う作業環境DXN類測定

焼却炉の設備老朽化等に伴い解体撤去・改造工事を実施することがあります。解体設備は解体作業開始前の作業環境測定と設備内部付着物のダイオキシン類濃度結果(付着物の評価値3ng-TEQ/g)から管理区域が決定され、それに応じた工事方法や作業者の保護具が決定されます。また解体作業中も作業環境測定を実施して作業場所の状況を把握し、作業者の健康に配慮を行います。

当社では焼却炉設備の定常運転時における作業環境ダイオキシン類測定、また、一

連の廃棄物焼却炉解体工事業務および解体工事中の作業環境ダイオキシン類測定・分析を行う体制を整え、これらのニーズに対応しています。



写真 作業環境ダイオキシン類測定

表 屋内作業場での管理区域

		A測定		
		第1評価値<2.5pg-TEQ/m ³	第2評価値≤2.5pg-TEQ/m ³ ≤第1評価値	第3評価値>2.5pg-TEQ/m ³
B測定	B測定値<2.5pg-TEQ/m ³	第1管理区域	第2管理区域	第3管理区域
	2.5pg-TEQ/m ³ ≤B測定値≤3.75pg-TEQ/m ³	第2管理区域	第2管理区域	第3管理区域
	B測定値>3.75pg-TEQ/m ³	第3管理区域	第3管理区域	第3管理区域

A測定:環境中の濃度分布状態を把握する測定
B測定:濃度が最も高くなる時間と位置における測定

Surface Treatment Products and Their Endurance Life Evaluation

表面処理製品の耐久寿命評価(1)

～めっき製品の耐久寿命評価～

材料技術事業部 向原文典
mukaihara@jfe-tec.co.jp

表面処理製品は、基材(金属、樹脂)の表面にめっき、化成処理、有機塗装、無機被覆等の処理を施したもので、これらの表面処理は、基材に特殊な機能を付与するために実施されます。表面処理製品では、付与された機能が持続する耐久寿命の評価が機能評価とともに重要となります。今回は、自動車用、電機用、建材用および缶用めっき鋼板の耐久寿命評価について述べます。表に代表的なこれらのめっき製品のめっき種と主な機能を示します。

自動車用・電機用めっき鋼板

自動車用・電機用の亜鉛めっき鋼板は、合金化溶融亜鉛めっきや電気亜鉛めっきされた鋼板です。これらの鋼板は、塗装密着性や耐食性を高めるための化成処理とさらに電着塗装や上塗り塗装されて使用

されます。それらの製品の耐久寿命は、塩水噴霧試験や使用環境を模擬した複合サイクル試験(塩水噴霧・乾燥・湿潤を繰り返す腐食試験)によって評価します。自動車の場合は、これらの試験による評価と実走行車の耐食性データとの相関関係に基づいて実使用時の耐久寿命を推定することができます。電機製品の場合も同様の手法で耐久寿命を評価します。また、電機製品の評価では、実使用条件を模擬したACTE試験*による評価も行われています。

建材用亜鉛系めっき鋼材

建材用のめっき鋼材には、溶融亜鉛めっき、溶融5%アルミ-亜鉛合金めっき、溶融55%アルミ-亜鉛合金めっきされたものがあります。これらの鋼材は、めっきまま、あるいはさらに

化成処理、上塗り塗装されて使用されます。耐久寿命は塩水噴霧試験、人工酸性雨試験、複合サイクル試験などの腐食試験によって評価します。また、実使用時の耐食性データとの相関による耐久寿命の推定も可能です。

缶用めっき鋼板

缶用めっき鋼板は、錫めっきやクロムめっきされた鋼板です。この上に、化成処理とさらには塗装や樹脂被覆されて使用されます。その耐久寿命は、缶内容物での耐食性試験によって評価されます。

*Accelerated Corrosion Test for Electric Appliances

表 めっき製品のめっき種と用途、主な機能

基材	めっき種	用途	主な機能
鋼	電気亜鉛(EG)、溶融亜鉛(GI)、合金化溶融亜鉛(GA)、ガルファン(GF)、ガルバリウム(GL)など	自動車、電機、建材	耐食性
鋼	錫(TP)、クロム(TFS)など	缶	耐食性

EG:ElectroGalvanized, GI:Galvanized, GA:Galvaanealed, GF:Galfan, GL:Galvalume
TP:Tin Plate, TFS:Tin Free Steel

特許に係わる最近の動向(4)

～特許の維持費はどの程度?～

知的財産事業部 森 和弘
mori002@jfe-steel.co.jp

平成20年6月1日に特許関係料金等が改定されました。そこで、特許出願を行った場合、権利満了となるまでにどの程度の費用が掛かるものなのか、簡単なケースで紹介いたします。ここでは、例えば、請求項数が3、出願から2年で審査請求を行い、審査請求後2年で特許査定を受けた場合、つまり、権利存続期間は16年である場合について費用を概算してみます。

出願から特許査定を得るまでに要する費用

出願を行う際には出願料として15,000円が必要です。また、権利化するためには出願日から3年以内に審査請求を行う必要があります。審査請求料は、上記の例では180,600円が必要です。審査請求を行うと、大抵の場合、拒絶理由通知がきます。この場合、補正書等を提出しますが、特許事務所への費用は別として無料です。しかし、拒絶査定となり、拒絶査定不服審判

を請求する場合には、審判請求料として66,000円が必要となります。ここまでの費用の合計は261,600円となります。

特許査定後の特許料

めでたく特許査定となった場合、特許料を納めなければ登録、つまり権利化とはなりません。登録時には第1年から第3年までを一括して納めます。ここでは3年分として8,700円が必要です。それ以降は毎年払って行くことになります。これが年金と呼ばれるものです。第4年から第6年までは毎年8,600円ずつ、第7年から第9年までは毎年

26,500円ずつ、第10年目以降は毎年76,000円ずつです。つまり、16年間権利を維持すると、特許料としては合計646,000円が必要となります。

このように、出願から権利満了までは1件当たり約90万円の費用が掛かります。これには特許事務所の費用は含まれていませんので、それを加えると優に100万円は超えます。さらに、関係者の苦労も大変なものです。

権利化した特許権は有効に活用しましょう。

表 特許関係料金表

特許出願料	15,000円
出願審査請求料	平成16年4月1日以降の出願 168,600円十(請求項の数×4,000円)
審判請求料	昭和63年1月1日以後の出願 49,500円十(請求項の数×5,500円)
特許料	昭和63年1月1日以降の出願、かつ 平成16年4月1日以降に審査請求をした出願 第1年から第3年まで毎年:2,300円十請求項数×200円 第4年から第6年まで毎年:7,100円十請求項数×500円 第7年から第9年まで毎年:21,400円十請求項数×1,700円 第10年以降毎年:61,600円十請求項数×4,800円

お問い合わせ先

【営業本部】

東京 TEL:03-3510-3251 FAX:03-3510-3469
jfetecsalesmarketing@jfe-tec.co.jp
名古屋 TEL:052-561-8630 FAX:052-561-3374
jfetecnagoyasales@jfe-tec.co.jp
大阪 TEL:06-6459-1093 FAX:06-6459-1099
jfetecosakasales@jfe-tec.co.jp
阪神 TEL:0798-66-2033 FAX:0798-66-2161

【分析・評価事業部】

LSIから埋蔵文化財にいたる、広範囲の分野における高精度な分析・試験・評価
千葉 TEL:043-262-2313 FAX:043-262-2199
jfetecchiba-com@jfe-tec.co.jp
京浜 TEL:044-322-6208 FAX:044-322-6528
jfeteckeihin@jfe-tec.co.jp
知多 TEL:0569-24-2880 FAX:0569-24-2990
jfetecchita-com@jfe-tec.co.jp
倉敷 TEL:086-447-4621 FAX:086-447-4618
jfetecurashiki-com@jfe-tec.co.jp
福山 TEL:084-945-4137 FAX:084-945-3989
jfetecfukuyama-com@jfe-tec.co.jp

【環境技術事業部】

jfetecankyoieigyobu@jfe-tec.co.jp
環境と省エネルギーに関するあらゆる測定、分析、評価、コンサルタント
千葉 TEL:043-264-5212 FAX:043-264-5212
京浜 TEL:044-322-6200 FAX:044-322-6528
福山 TEL:084-946-6960 FAX:084-946-6966
東京 TEL:03-3217-2177 FAX:03-3217-2169
埼玉 TEL:048-854-7928 FAX:048-854-7928
横浜 TEL:045-506-1096 FAX:045-506-1096
新潟 TEL:025-275-1101 FAX:025-270-7209
静岡 TEL:0543-37-0250 FAX:0543-37-0251
福岡 TEL:092-643-6890 FAX:092-643-6891

【材料技術事業部】

jfetecmaterial@jfe-tec.co.jp
各種材料、製品、構造物の研究開発サポート、損傷解析、最適利用技術の提言
千葉 TEL:043-262-2187 FAX:043-262-4249
京浜 TEL:044-322-6189 FAX:044-322-6528
名古屋 TEL:052-561-8630 FAX:052-561-3374

【計測システム事業部】

jfetecsales@jfe-tec.co.jp
分光器関連、画像検査関連、商品の開発販売、各種分野の計測診断、数値解析
千葉 TEL:043-262-2014 FAX:043-262-2665
京浜 TEL:044-322-6273 FAX:044-322-6529

【知的財産事業部】

jfetecpat@jfe-tec.co.jp
知的財産の発掘・権利化、特許調査・出願支援、知財研修、係争等のサポート
東京 TEL:03-3510-3355 FAX:03-3510-3471

【技術情報事業部】

joho@jfe-tec.co.jp
各種技術動向・情報調査、翻訳、WEB・DTP制作、ISO等のマネジメント支援、IT開発
京浜 TEL:044-322-6429 FAX:044-322-6520

詳しくは、当社ホームページで <http://www.jfe-tec.co.jp>◆このパンフレットの送付中止、宛名変更は jfe-tec-news@jfe-tec.co.jp へご連絡ください

JFE-TEC News <2008>
No.17
2008年10月発行

発行人/大村雅紀
発行所/JFEテクノリサーチ(株) 技術情報事業部
〒103-0027 東京都中央区日本橋2-1-10(柳屋ビル)
Tel: 03 - 3510 - 3425

© JFE Techno-Research Corporation 2008

印刷所/大日本印刷株式会社

